

O.G. 15.461/mcl.



25 APR

PATENTE DE INVENCION:

344452

344452

MEMORIA DESCRIPTIVA

Sobre:

"PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE METABORATOS DE ALQUILLO"

-----

Solicitante: CONTINENTAL OIL COMPANY, entidad norteamericana,  
domiciliada en 1000 South Pine Street, PONCA CI-  
TY, Oklahoma, EE.UU.

-----

Inventores: D. Charles Masterson Starks.

D. Eugene Flynt Kennedy.

-----

344452



La presente invención se refiere a metaboratos de alquilo y en particular a la preparación de metaboratos de alquilo por oxidación de alcanos en presencia de ácido bórico u óxido de boro. De forma más particular, la invención se refiere a la recuperación de metaboratos de alquilo provenientes de un agregado con alcanos no oxidados.

Se ha trabajado mucho en la preparación de alcohol por oxidación de alcanos que utilizan las propiedades del ácido bórico para formar boratos que permitan una mayor conversión por paso del alcano. Se puede hidrolizar el borato de alquilo para obtener el alcohol secundario. También se puede descomponer térmicamente el borato para obtener olefinas. La literatura rusa contiene muchas publicaciones dirigidas a esta meta hacia los alcoholes.

Una de las mayores dificultades de este fin particular reside en la tendencia de la reacción de oxidación a producir productos de reacción lateral, tal como cetonas, ácidos carboxílicos y ésteres de ácidos carboxílicos. Estos productos de reacción lateral tienden a ser productos mayores cuando la conversión del alcano es aumentada.

Una razón para elevar el grado de conversión del alcano es disminuir la cantidad de alcano no reaccionado, el cual necesita ser separado de los boratos. Sin embargo, aún en conversiones del orden del 50%, hay que separar una gran cantidad de alcano inoxidado. Se ha observado que bajo ciertas condiciones de trabajo, el producto borato es muy sensitivo al calor y se descompone fácilmente a las temperaturas necesarias para la retirada del alcano inoxidado.

Un objeto de la invención es un proceso para preparar metaboratos de alquilo. Y un objeto particular de la invención -

344452

25 AGO



es un proceso para oxidar alcanos en presencia de ácido bórico, u óxido de boro para producir metaboratos predominantes en grupos que solo tienen un constituyente oxidrilo.

5. Otro objeto de la invención es un proceso para recuperar metaboratos de agregados con alcanos. Objeto preferente de la invención es un proceso combinado para la oxidación de oxígeno libre de ciertos alcanos en presencia de ácido bórico u óxido de boro a fin de producir un producto compuesto esencialmente de metaboratos de alquilo, recuperando estos metaboratos del alcano
10. inoxidado, y recuperando el correspondiente alcohol secundario del metaborato.

Otros objetos de la invención resultarán aparentes en el curso de la descripción detallada de la misma.

15. La única figura que acompaña a la presente memoria descriptiva muestra un dibujo esquemático de un proceso combinado para producir alcanoles secundarios de n-alcanos mediante el proceso de esta invención.

20. Un proceso de la invención comprende el reaccionar alcano líquido de 6-20 átomos de carbono con oxígeno libre a una temperatura de entre, aproximadamente, 160°C y 200°C para convertir no más de aproximadamente el 20% de dicho alcano a una mezcla-producto de reacción que consiste esencialmente en alcoholes; llevándose a cabo dicha oxidación en presencia de un compuesto de boro seleccionado de la clase de los que consisten en ácido
25. bórico y óxido de boro, en una cantidad de como mínimo un mol de boro por mol de alcano convertido, por lo cual se obtiene el metaborato de alquilo; y extrayendo continuamente de dicha zona de reacción el agua producida en la misma.

30. En otro proceso de la invención, la solución de metaborato de alquilo y alcano es atomizada a una temperatura inferior



a la temperatura de descomposición del metaborato, en una cámara donde la solución atomizada es contactada con un agente rectificador, a aproximadamente la misma temperatura que la solución atomizada para extraer esencialmente todo el alcano, recuperando así todo el metaborato esencialmente sin alcano.

Es preferible hidrolizar el producto de metaborato para recuperar un producto alcohol secundario que consiste esencialmente en compuestos que solo incluyen un grupo oxidrilo.

La oxidación de los alcanos líquidos en presencia de ácido bórico u óxido de boro resulta en la producción de compuestos que incluyen grupos oxidrilos carbonilos, carboxílicos, y éster carboxílicos. El producto preferido es un alcohol secundario. Se ha descubierto que una mezcla de metaborato producto que produce alcanos secundarios como el componente producto de reacción predominante son producidos mediante el control de las condiciones de operación, el grado de conversión y la cantidad de boro presente. En el proceso de oxidación de la invención el alcano de 6-20 átomos de carbono es reaccionado con oxígeno libre. El alcano está en estado líquido.

El proceso se puede aplicar a un solo alcano o a una mezcla de alcanos. La carga de alcano es deseablemente un n-alcano ya que el alcohol secundario producido proporciona productos intermedios deseables para la producción de surfactantes de alcohol etoxi. Los n-alcanos de 10-20 átomos de carbono son una de las cargas preferidas. Los alcanos ilustrativos son hexano, octano, nonano, n-dodecano, n-tetradecano, n-hexadecano, n-octadecano y eicosano.

En la zona de oxidación por reacción es mantenida presión suficiente para mantener el alcano esencialmente en estado líquido, y también para permitir que sea sacada continuamente el agua producida en dicha zona.

La oxidación se lleva a cabo utilizando oxígeno libre



aire o una mezcla sintética de oxígeno y un gas inerte. Generalmente se introduce un poco de oxígeno sobrante y la subida de oxígeno es controlada al mantener algo de oxígeno libre en la retirada de gas desde la zona de oxidación.

5. La zona de oxidación es mantenida a una temperatura entre aproximadamente los 160°C y los 200°C; manteniéndose deseablemente la temperatura más alta por debajo de aproximadamente los 180°C.

10. Se ha comprobado que cuando la conversión de la carga de alcano a compuestos que incluyen oxígeno combinado no es de más del 20% de dicha carga, la mezcla producto de reacción recuperable del producto metaborato consiste esencialmente de alcoholes en el sentido que, esencialmente, todos los compuestos incluyen un grupo oxidrilo. Una cantidad menor de compuestos también incluye otro grupo de oxígeno. Para la mezcla-producto de reacción, en la que esencialmente todos los compuestos incluyen un grupo oxidrilo, la conversión de alcano es mantenida entre un 10 y un 15%.

15. La oxidación es llevada a cabo en presencia de ácido bórico u óxido de boro. El ácido bórico puede estar cargado de ya sea ácido ortobórico o de ácido metabórico. El ácido puede estar cargado de una solución acuosa puesto que el agua será sacada junto con el agua formada.

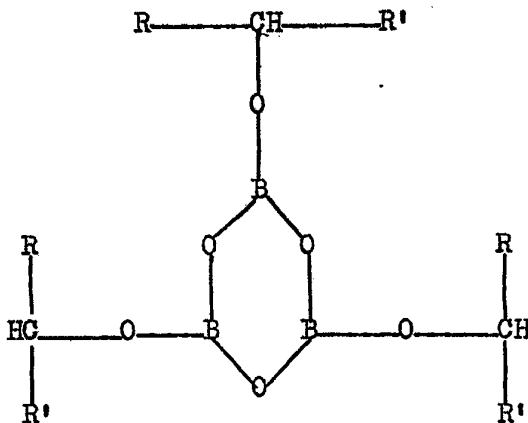
20. Se ha observado que el producto metaborato deseado y predominantemente el producto metaborato de alquilo se obtiene cuando el ácido bórico u el óxido de boro está presente en una cantidad de al menos un mol de boro por mol de alcano convertido. Algo menos de esta cantidad se puede cargar ya que, bajo condiciones óptimas, se obtiene algún producto que no reaccionará con el boro. En cualquier caso, hará falta suficiente boro para producir el producto metaborato como esencialmente el único producto borato.



A simple título de ejemplo, la configuración estructural del metaborato de alquilo queda representada como Fórmula I.

5.

(I)



10.

La reacción oxidante puede producirse en ausencia de un catalizador. Se hace constar que muchos alcanos obtenidos del petróleo incluyen compuestos que son inhibidores para la reacción oxidante. Normalmente estos inhibidores pueden extraerse mediante una operación de lavado con un ácido sulfúrico concentrado. El tiempo de reacción oxidante disminuye al disponer, en la zona de oxidación, de un catalizador para la oxidación de alcano. En esencia, cualquier metal que pueda existir en estado de más de una valencia, es más o menos efectivo como catalizador para esta reacción. Es preferible utilizar como catalizador oxidante un compuesto de cobalto, níquel, hierro o manganeso. Los compuestos pueden ser una sal totalmente inorgánica o una sal ácido-grásica, es decir nitrato de cobalto, acetato de cobalto y estearato de cobalto. La cantidad de compuesto catalizador añadido es dependiente del tipo de metal y del tipo de alcano cargado.

Los metaboratos, ya sean metaboratos de alquilo o metaboratos donde la radical orgánica incluye oxígeno combinado distinto al oxígeno hidroxilado, son extremadamente sensitivos al calor. En las condiciones de destilación normales para la extracción del alcano inoxidado, es difícil evitar la descomposición sustancial por

30.



calor que resulta en la formación de olefinas. Se ha observado que una solución de metaborato y alcano inoxidado de la zona de oxidación puede ser separada para obtener metaborato libre esencialmente de alcano, mediante una operación de separado. La solución es -

5. atomizada dentro de una cámara a una temperatura inferior a la de descomposición del contenido metaborato. Generalmente la temperatura atomizante no es mayor de 250°C y preferiblemente no superior a aproximadamente los 200°C.

La solución atomizada es contactada en la cámara con un

10. agente rectificador que evapora el contenido de alcano de la solución atomizada, la cual cruza la cámara junto con el agente rectificador. El agente rectificador es introducido en la cámara a aproximadamente la misma temperatura que la de la solución atomizada. El producto metaborato, esencialmente libre de alcano, es separado

15. de la cámara de rectificación.

El agente rectificador puede ser de material gaseoso o -

etéreo que es inerte al alcano o al metaborato. Cuando el tiempo -

de contacto es corto, se puede utilizar el aire como agente recti-

ficador. El agente rectificador preferible es el alcano con 1-4 --

20. átomos de carbono, y particularmente, el propano o el isobutano. -

Estos últimos tienen la ventaja de ser fácilmente separables de la carga de alcano. También se puede utilizar como agente rectificador el gas natural. Si así se desea, la cámara rectificadora puede ope-

rarse en un vacío.

25. Ha de comprenderse que la invención de la rectificación no está limitada a una solución de cualquier contenido particular de metaborato. Como cosa práctica, la conversión de oxidación está limitada a un máximo de aproximadamente el 50%. La cámara rectificadora permite el control de la temperatura más una separación ex-

30. tremadamente rápida de alcano, tal que grandes volúmenes de alcano pueden ser trabajados económicamente. Por tanto, la invención de -

la cámara de rectificación es aplicable a cualquier solución que -



oscile entre las conversiones más bajas y las más altas.

El proceso de combinación de la invención está descrito en relación con la FIGURA. En la FIGURA, la zona de reacción oxidante está representada como una caja 10. La carga de n-alcano, incluso n-tetradecano, es pasada por la conducción 12 al reactor 10. El oxígeno para la oxidación es suministrado por el aire que es introducido mediante la conducción 14. El catalizador oxidante es introducido mediante la conducción 16; en este caso el catalizador es nitrato de cobalto. Con un catalizador de cobalto su empleo es del orden de 0,001 a 0,01 moles por ciento, basándose en la carga de alcano. El ácido bórico y el ácido bórico reciclado en forma de solución acuosa son introducidos en el reactor 10 a través de la conducción 18. En teoría, se precisa un mol de ácido de metaborato para cada mol equivalente de alcohol producido. Según la condición de conversión moderada de este proceso, se precisa un mol, aproximadamente, de boro para cada mol de alcano oxidado, es decir convertido. Para las conversiones del orden del 10 al 20%, el ácido bórico ( $H_3BO_3$ ) requerido es del orden de un 5 a un 7% en peso.

El reactor 10 es operado a una temperatura de 175°C en una presión atmosférica. La conversión es mantenida al 15% cuando se alcanza en unas 2, 5 horas. El aire es introducido en unos 50 volúmenes a temperatura y presión normalizados por volumen de hidrocarburo. La corriente de gas efluente que pasa por el reactor 10 y sale por el conducto 20 contiene agua de reacción y de la corriente de ácido bórico, pequeñas cantidades de monóxido de carbono, dióxido de carbono e hidrocarburos gaseosos. El componente nitrógeno-oxígeno es de aproximadamente un 10% de oxígeno. El reactor es operado para mantener una cantidad constante de oxígeno no reaccionado en una corriente efluente 20.

En estas condiciones, se ha observado que esencialmente

344452

25



5. todos los compuestos del producto contienen un grupo oxidrilo. Los compuestos del producto de reacción incluyen grupos carbonil, grupos carboxílicos y grupos de ésteres carboxílicos. Resulta que estos grupos son en la tubería principal un segundo grupo adjunto a un alcohol.

10. Una solución de metaboratos, esencialmente metaboratos de alquilo, disueltos en el tetradecano inoxidado, es retirada del reactor 10 y conducida a través de la tubería 22 al rectificador 24. Por medios no representados, la solución en la conducción 22 es calentada hasta una temperatura de 200°C y entra en el rectificador 24 como una aspersión menuda después de haber pasado por una boquilla pulverizadora no mostrada. Aquí el propano es utilizado como gas rectificador y es pasado al rectificador 24 a través del conducto 26 a una temperatura de 200°C. Una corriente de vapor de propano y tetradecano sale del rectificador 24 por la conducción 28 y entra en el separador 30 en donde es separado el propano del tetradecano y reciclado a través de las conducciones 32 y 26. El tetradecano recuperado es pasado desde el separador 30 por la conducción 34 a la zona de tratamiento 36 del alcohol reciclado.

20. Bajo algunas condiciones puede no haber tratamiento del alcohol reciclado. Sin embargo, es preferible sacar los ácidos carboxílicos disueltos en el alcohol. Esto se puede hacer mediante el lavado cáustico de la corriente. La corriente también contiene algunas cetonas y la producción del alcohol definitivo puede aumentarse por un tratamiento de hidrógeno de la corriente para convertir las cetonas al alcohol correspondiente.

30. Una corriente de metaborato alquilo, que es del orden del 90% de sec-tetradecanol con la porción de alquilo, y que está esencialmente libre de alcohol, es decir, del orden de un 1% de tetradecano, es pasado por la conducción 40 al reactor de hidrólisis

344452

25



42. La hidrólisis es un procedimiento convencional en la que unos 2 volúmenes de agua de la conducción 44, por volumen de metaborato, son agitados en el reactor 42, a una temperatura de 90-100°C. En general, el tiempo de hidrólisis es de 30 a 60 minutos.

5. La capa de agua del ácido bórico es separada del reactor 42. El alcohol crudo restante es lavado con agua caliente hasta que todo el ácido bórico ha sido extraído. Los líquidos de lavado y el ácido bórico acuoso son pasados por la conducción 48 a la operación recuperadora de ácido bórico 50. El alcohol bruto en corriente es pasado por la conducción 52 a la zona de tratamiento del alcohol (purificadora) 54.

10. El ácido bórico acuoso caliente puede ser concentrado -- por reciclamiento a través de las conducciones 58 a 18 al reactor de oxidación 10. Otro procedimiento es enfriar la solución de ácido bórico, filtrar el ácido bórico precipitado y reciclar el ácido bórico sólido. Es preferible utilizar el procedimiento de concentración por evaporación, particularmente porque en estas condiciones se puede pasar una cantidad sustancial de agua al reactor 10, sin perturbar la operación de oxidación del borato.

15. La corriente de alcohol bruto proveniente del reactor de hidrólisis 42 puede ser hidrogenado para extraer los cuerpos colorados y entonces destilados dentro de un concentrado de alcohol secundario.

20. Para el uso surfactante, se ha observado que la corriente de alcohol bruto puede y debe ser destilada para evitar en parte la ebullición alta, y entonces puede ser enviada a la operación de producción surfactante. En una situación típica la corriente del producto-alcohol que pasa por la conducción 60 es reaccionada con óxido de etileno para formar así una corriente etoxilada que puede después ser sulfatada para producir un sulfanato etoxi detergente.



Preferiblemente, la reacción etoxilada es llevada a cabo empleando un catalizador BF<sub>3</sub>. El etoxilato es normalmente un amarillo pálido y puede ser incoloro por hidrogenación al utilizar un catalizador de níquel.

- 5. Lo anteriormente expuesto es una operación combinada para la obtención de un producto que es esencialmente un tetradecanol secundario. Ha de entenderse que cualesquiera de los alcanos descritos anteriormente pueden ser cargados a tal proceso combinado en cualquier juego de condiciones en los órdenes descritos anteriormente.

10. EJEMPLOS

Se utilizó como carga una mezcla de n-alcanos de una aducción ureáica de keroseno. La mezcla tenía la siguiente composición

<u>Alcano</u>	<u>Porcentaje en peso</u>
n-undecano	0,9
n-dodecano	32,5
n-tridecano	33,4
n-tetradecano	32,3
n-pentadecano	0,9

- 15. Los alcanos según recibidos no podrían soportar la oxidación del aire porque está presente algún tipo de inhibidor natural. La mezcla de alcano fué lavada con un porcentaje de 5 volúmenes de ácido sulfúrico fumante para extraer el inhibidor. Después de lavarlo con agua, el alcano fué filtrado y almacenado como existencia de carga para todas las oxidaciones.

La carga para cada operación se hizo como sigue:

- 25. Alcano recuperado del ciclo previo de oxidación.  
Alcano puro de un total de 6.325 gramos de alcano.  
Acido bórico, 450 gramos.  
Nitrato de cobalto, 5 gramos.

- 30. La temperatura (170°C), el grado agitante (alrededor de -- 800 r.p.m.), y el tubo de admisión de aire (4 mm. diámetro, alrededor de 20 cm de fondo de hidrocarburo) fueron mantenidos constantes por el mayor tiempo posible durante todos los ciclos de oxidación.

344452<sup>25</sup>



La mezcla de reacción fué agitada con alcano no reacciona-  
do y otros materiales volátiles por dos pasos a través de un aparato  
destilador de película filtradora "ASCO" de 50,8 mm. El primer paso  
fué conducido en 140-160°C a 2mm Hg y el segundo paso a 170-180°C y  
5. a 0,5 mm Hg. Los productos de cabeza de ambos pasos fueron combinados  
con el hielo seco interceptor de la destilación y el material orgáni-  
co recuperado de los interceptores del aparato de oxidación. Estos -  
destiladores combinados y materiales interceptores fueron empleados  
para el próximo ciclo de oxidación.

10. Pero no se hizo nada por compensar la pequeña cantidad de  
oxigenados en los alcanos recuperados.

Otras condiciones de operación para los 7 ciclos quedan re-  
presentadas en la Tabla I.

TABLA I

15. Ciclo	Promedio del paso de aire (1/minuto)	Promedio admisión O <sub>2</sub> (1/mi- nuto)	Tiempo oxidación (horas)	Porcentaje en peso Conversión Alcano	Selectividad del porcentaje en peso al al- cohol de oxida- ción compuesta
	7,4	0,74	2,7	16,3	87,0
	6,7	0,60	3,5	17,3	78,7
	7,2	0,70	3,25	17,3	89,1
	7,2	0,72	3,1	17,9	83,7
20. 5	7,4	0,67	3,3	17,6	87,6
6	7,3	0,73	3,0	12,2	92,6
7	7,2	0,65	5,9	26,0	78,8

El nitrato de cobalto fué utilizado como catalizador de oxidación en todos los ciclos excepto en el nº 2, donde se utilizó acetato de co- balto, el cual puede explicar la selectividad inferior del ciclo nº

25. 2.

Los residuos provenientes de la operación de rectificación consistiendo principalmente como esteres de borato, fueron hidroliza- dos mediante rectificación a 95°C con 2 litros de agua por hora. La capa orgánica superior se separó y lavó con dos porciones de 1 litro

30. de agua caliente. El oxidado color marrón crudo de alcohol fué desti-

344452

25 A



lado entonces (pp. 105-175 At 1 mm Hg.) sin fraccionación a través de un aparato de destilación del tipo Claisenhead. El destilado, - alcohol de oxidación compuesta, era invariablemente amarillo y de un olor a candil quemado. En los dos experimentos, la destilación

5. fué conducida en la presencia de una base: el ciclo 4 sobre 5 g. - de hidróxido de calcio y el ciclo 6 sobre 15 g. de hidróxido de so-  
dio.

TABLA II

Datos analíticos para la oxidación en bruto de los "alcoholes".

10.

<u>DATOS ANALITICOS</u>					<u>GRUPO FUNCIONAL DE PORCENTAJES POR MOL</u>			
<u>Ciclo</u>	<u>OH %</u>	<u>No.CO (ppm)</u>	<u>No.Sap.</u>	<u>No.Aci do.</u>	<u>OH</u>	<u>CO</u>	<u>CO<sub>2</sub>R</u>	<u>CO<sub>2</sub>H</u>
1	8,60	2116	13,81	3,08	93,1	1,4	4,53	1,01
2	8,34	2815	17,11	5,96	90,6	1,86	5,63	1,95
3	8,19	2833	20,63	5,57	89,5	1,87	6,82	1,84
15. 4	8,00	3609	23,38	4,74	88,1	2,41	7,95	1,57
5	7,76	3487	22,01	5,82	88,0	2,41	5,57	2,01
6	7,90	4267	27,44	5,91	86,2	2,82	9,06	1,95
7	7,69	5494	43,34	8,86	80,0	3,47	13,7	2,80

El ciclo 7 demuestra un gran aumento en los grupos funcionales que no sean -OH cuando la conversión fué al 26% así como una disminución en selectividad.

20.

TABLA III

Datos analíticos para los "alcoholes de oxidación compuesta".

25.

<u>DATOS ANALITICOS</u>					<u>GRUPO FUNCIONAL DE PORCENTAJES POR MOL</u>			
<u>Ciclo</u>	<u>OH %</u>	<u>No.CO (ppm)</u>	<u>No.Sap.</u>	<u>No.Aci do.</u>	<u>OH</u>	<u>CO</u>	<u>CO<sub>2</sub>R</u>	<u>CO<sub>2</sub>H</u>
1	9,10	2038	7,64	1,04	59,5	1,31	2,44	0,34
2	8,90	2230	10,13	2,58	94,5	1,44	3,26	0,83
3	8,98	2749	12,86	2,38	93,5	1,74	4,05	0,74
4(a)	8,92	4545	11,29	0,22	93,5	2,88	3,58	0,07
5	9,20	3033	13,18	2,23	93,4	1,86	4,06	0,69
6(b)	8,93	2566	4,34	0,10	96,8	1,70	1,42	0,04
7	8,73	3826	25,90	4,75	88,3	2,35	7,93	1,46

30. (a) Alcohol bruto destilado sobre 50 g. de hidróxido de calcio.  
(b) Alcohol bruto destilado sobre 15 g. de hidróxido de sodio.



Los ciclos 4 y 6 muestran el efecto favorable sobre el contenido de ácido del tratamiento hidróxido durante la destilación.

Siguió el aumento de compuestos de oxígeno en la recirculación de alcano. La cantidad de cetonas, ácidos y esterres se calculó sobre la base de que el peso molecular del alcano y el de los compuestos de oxígeno eran aproximadamente iguales.

5.

TABLA IV

Impurezas oxigenadas en el alcano recirculado

Alcano recirculado del ciclo	Cetona de aprox. porcentaje en peso	Ester + Ácido Porcentaje aproximado en peso
10. 2	1,9	2,4
3	2,2	3,6
4	2,7	4,1
7	3,9	10,4

Los datos representados en la Tabla V demuestran las mejoras que se obtendrán en el alcano reciclado por hidrogenación y lavado cáustico. El alcohol formado por la reducción de cetonas se rá reciclado en la mezcla de oxidación de donde se obtendrá como esterborato adicional.

15.

TABLA V

Tratamiento del Alcano reciclado

20.

ANALISIS DEL PROCENTAJE APROXIMADO EN PESO

Alcano de	Tratamiento	Alcohol	Cetona	Ester + Acido
Ciclo 7	(Sin tratamiento)	0	3,9	10,4
25. Ciclo 7	5% de lavado acuoso NaOH	1,8	4,2	3,4
Ciclo 7	Tratamiento H <sub>2</sub> /Ni	5,3	0,4	8,3
Ciclo 7	Lavado con 5% de NaOH; y entonces tratado con H <sub>2</sub> /Ni	7,6	0,1	2,4

N O T A

30.

La Patente de Invención, que se solicita por veinte años

344452



para España, de acuerdo con la vigente Legislación, deberá recaer sobre: "PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE METABORATOS DE ALQUILLO", según las características esenciales de las siguientes:

REIVINDICACIONES

5. 1ª.- Procedimiento de preparación de metaboratos de alquilo, que comprende: un alcano líquido reactivo con 6-20 átomos de carbono con oxígeno libre en una temperatura de entre unos 160º y 200ºC para convertir como máximo el 20% de dicho alcano a una mezcla producto de reacción que consiste esencialmente en alcoholes; dicha oxidación se lleva a cabo en presencia de un compuesto de boro seleccionado de entre la clase que consisten en ácido bórico y óxido de boro, en una cantidad de como mínimo 1 mol de boro por mol de alcano convertido, por lo que se obtiene el metaborato de alquilo; y la separación continua en dicha zona de reacción del agua producida en la misma.
10. 2ª.- Procedimiento de preparación de metaboratos de alquilo, según reivindicación 1ª, en el cual dicha temperatura es de aproximadamente 160ºC a 180ºC.
20. 3ª.- Procedimiento de preparación de metaboratos de alquilo, según reivindicación 1ª, en el cual dicha conversión es del 10% al 15%, aproximadamente.
25. 4ª.- Procedimiento de preparación de metaboratos de alquilo, según reivindicación 1ª, en el cual dicho alcano es n-alcano con 10 a 20 átomos de carbono.
30. 5ª.- Procedimiento de preparación de metaboratos de alquilo, según reivindicación 1ª, en el cual el catalizador oxidante para dicha oxidación de alcano está presente.
- 6ª.- Procedimiento de preparación de metaboratos de alquilo, según reivindicación 5ª, en el cual dicho catalizador oxidante es un compuesto de un metal seleccionado de entre los de la



clase que comprenden cobalto, hierro, níquel y manganeso.

7ª.- Procedimiento de preparación de metaboratos de alquilo, según reivindicación 1ª, en el cual dicho alcano es n-tetra decano.

5. 8ª.- Procedimiento de preparación de metaboratos de alquilo, según reivindicación 1ª, en el cual dicho alcano es n-hexa decano.

10. 9ª.- Procedimiento de preparación de metaboratos de alquilo, según reivindicación 1ª, en el cual dicho alcano es n-dodecano.

15. 10ª.- Procedimiento de preparación de metaboratos de alquilo, en el cual un alcano líquido de 6-20 átomos de carbono es oxidado con oxígeno libre a una temperatura entre unos 160°C y 200°C para convertir alcano a compuestos correspondientes que contienen un grupo oxidrilo, en presencia de un compuesto de boro seleccionado de entre los de la clase que consisten en ácido bórico y óxido de boro en una cantidad de al menos un mol de boro por mol de alcano convertido, según lo cual se obtiene una solución de alquilmetaborato, el perfeccionamiento consiste en: a una temperatura por debajo de la temperatura de descomposición de alquilmetaborato, atomizar la solución de alquilmetaborato y alcano en una cámara donde la solución atomizada está contactada con un agente rectificador, a aproximadamente la misma temperatura que dicha solución, y la recuperación del producto alquilmetaborato esencialmente libre de dicho alcano.

11ª.- Procedimiento de preparación de metaboratos de alquilo, según la reivindicación 10ª, en el cual dicha temperatura atomizante no es de más de unos 250°C.

30. 12ª.- Procedimiento de preparación de metaboratos de alquilo, según la reivindicación 10ª, en el cual dicho agente rectifi-

344452

25



ficador es un alcano de 1 a 4 átomos de carbono.

13<sup>a</sup>.- Procedimiento de preparación de metaboratos de alquilo, según la reivindicación 11<sup>a</sup>, en el que dicho agente rectificador es propano.

5. 14<sup>a</sup>.- Procedimiento de preparación de metaboratos de alquilo, según la reivindicación 11<sup>a</sup>, en el cual dicho agente rectificador es isobutano.

10. 15<sup>a</sup>.- Procedimiento de preparación de metaboratos de alquilo, según la reivindicación 10<sup>a</sup>, en el cual la temperatura atomizante no es de más de unos 200°C.

16<sup>a</sup>.- Procedimiento de preparación de metaboratos de alquilo, según la reivindicación 10<sup>a</sup>, en el cual dicho alcano es n-alcano con 10 a 20 átomos de carbono.

15. 17<sup>a</sup>.- Procedimiento de preparación de metaboratos de alquilo, según la reivindicación 16<sup>a</sup>, donde dicho alcano es n-tetradecano.

18<sup>a</sup>.- Procedimiento de preparación de metaboratos de alquilo, según la reivindicación 16<sup>a</sup>, donde dicho alcano es n-hexadecano.

20. 19<sup>a</sup>.- Procedimiento de preparación de metaboratos de alquilo, según la reivindicación 16<sup>a</sup>, donde dicho alcano es n-dodecano.

25. 20<sup>a</sup>.- Procedimiento de preparación de metaboratos de alquilo, el cual comprende: alcano líquido reactante con 6 a 20 átomos de carbono con oxígeno libre a una temperatura de entre unos -160°C y 200°C para convertir como máximo el 50% de dicho alcano a compuestos correspondientes con oxígeno combinado, incluyendo alcoholes como compuestos predominantes; el que dicha oxidación se lleve a cabo en presencia de compuesto de boro seleccionado de entre  
30. los de la clase que consisten en ácido bórico y óxido de boro, en



- una cantidad de como mínimo aproximadamente un mol de boro por mol de alcano convertido obteniéndose así una solución de alquilmatabo rato y alcano; la separación continua de dicha zona de reacción -- del agua producida en la misma; la atomización de dicha solución -
5. en una temperatura de como máximo 250°C en una cámara donde la so- lución atomizada está contactada con un agente rectificador, a apro- ximadamente la misma temperatura de dicha solución; y la retirada de dicha cámara del producto alquilmetaborato esencialmente libre de dicho alcano.
10. 21ª.- Procedimiento de preparación de metaboratos de al- quilo, según la reivindicación 20ª, en el cual dicha conversión es de aproximadamente el 10 al 15%.
- 22ª.- Procedimiento de preparación de metaboratos de al- quilo, según la reivindicación 20ª, en el cual dicha temperatura -
15. de oxidación es de unos 160º a 180ºC.
- 23ª.- Procedimiento de preparación de metaboratos de al- quilo, según la reivindicación 20ª, en el cual dicha oxidación es efectuada en la presencia de un catalizador oxidante.
- 24ª.- Procedimiento de preparación de metaboratos de al-
20. quilo, según la reivindicación 23ª, en el que dicho catalizador es un compuesto de metal seleccionado de la clase que comprende cobal- to, hierro, níquel y manganeso.
- 25ª.- Procedimiento de preparación de metaboratos de al-
25. -alcano con 10-20 átomos de carbono.
- 26ª.- Procedimiento de preparación de metaboratos de al- quilo, según la reivindicación 25ª, en el que dicho alcano es n-do decano.
- 27ª.- Procedimiento de preparación de metaboratos de al-
30. quilo, según la reivindicación 25ª, en el cual dicho alcano es n-te



344452

tradecano.

28ª.- Procedimiento de preparación de metaboratos de alquilo, según la reivindicación 25ª, en el cual dicho alcano es n--hexadecano.

5. 29ª.- Procedimiento de preparación de metaboratos de alquilo, según la reivindicación 20ª, en el cual dicha temperatura -atomizante no es de más de 200°C.

10. 30ª.- Procedimiento de preparación de metaboratos de alquilo, según la reivindicación 20ª, donde dicho agente rectificador es un alcano de 1-4 átomos de carbono.

31ª.- Procedimiento de preparación de metaboratos de alquilo, según la reivindicación 30ª, según el cual el agente rectificador es propano.

15. 32ª.- Procedimiento de preparación de metaboratos de alquilo según la reivindicación 30ª, en el que el agente rectificador es isobutano.

33ª.- Procedimiento de preparación de metaboratos de alquilo, según la reivindicación 20ª, en el cual el producto alquilmetaborato es hidrolizado para recuperar un producto sec-alcanol

20. 34ª.- PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE METABORATOS DE ALQUILO.

Según queda sustancialmente descrito en la presente Memo

.../...

3444525



ria, que consta de veinte hojas, escritas a máquina por una sola -  
cara, acompañada de dibujos.

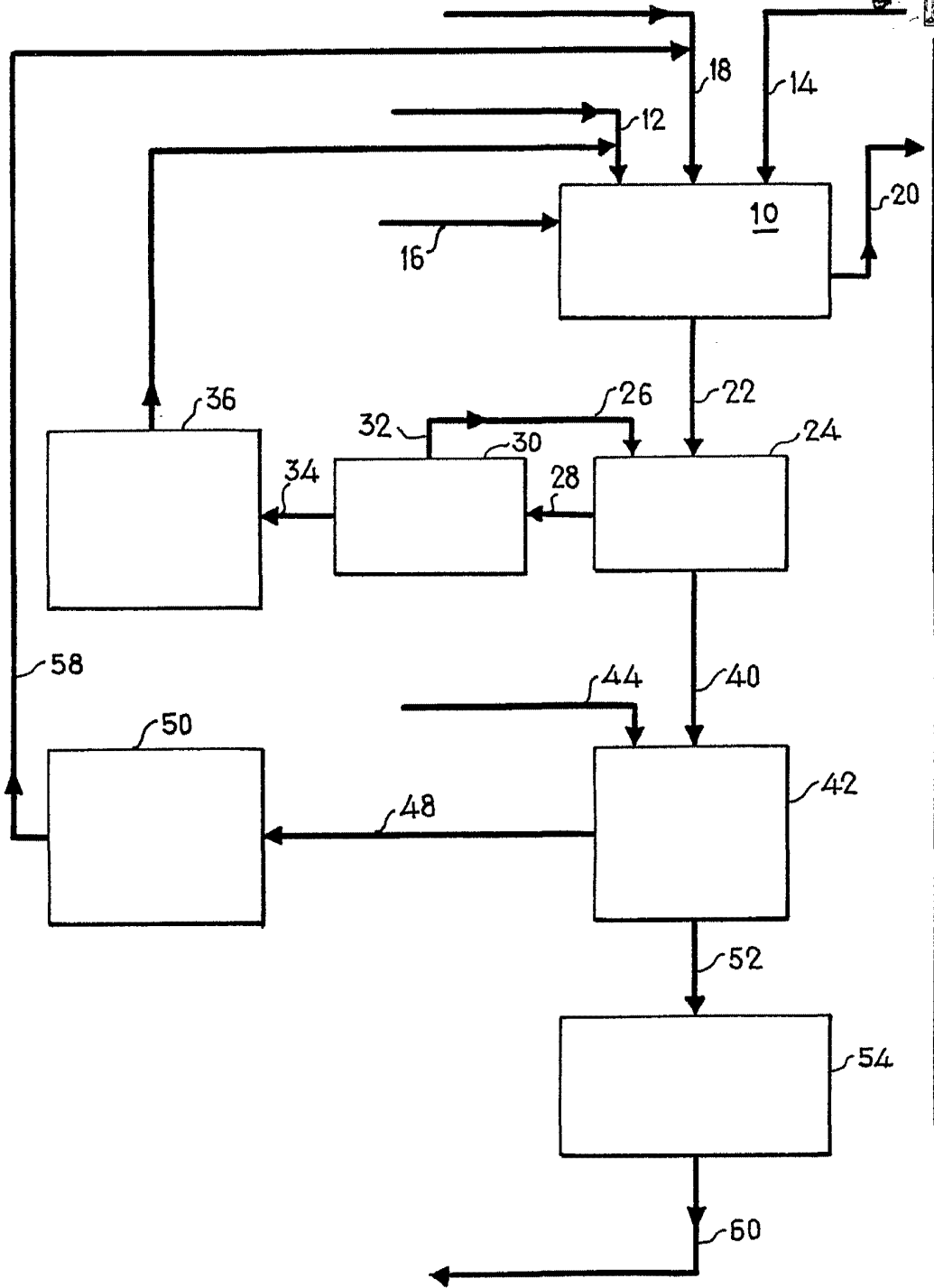
Madrid, 25 de Agosto de 1.967

CONTINENTAL OIL COMPANY,  
P. P.

FRANCISCO GARCIA CABRERIZO  
P. P.

Firmado: M.ª Dolores Corquera

344452



Madrid, 25 AGO. 1967

CONTINENTAL OIL COMPANY  
P. P. FRANCISCO GARCIA CABRERO  
S. P.

Firmador: M. Dolores Járquera

Escala variable